

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-256044

(P2000-256044A)

(43) 公開日 平成12年9月19日 (2000.9.19)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

C 0 3 C 27/12

識別記号

F I

C 0 3 C 27/12

テーマコード\* (参考)

G 4 G 0 6 1

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平11-60307

(22) 出願日 平成11年3月8日 (1999.3.8)

(71) 出願人 000002174

積水化学工業株式会社

大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号

(72) 発明者 中嶋 稔

滋賀県甲賀郡水口町泉1259 積水化学工業株式会社内

Fターム(参考) 4G061 AA13 AA18 BA01 BA02 CB05

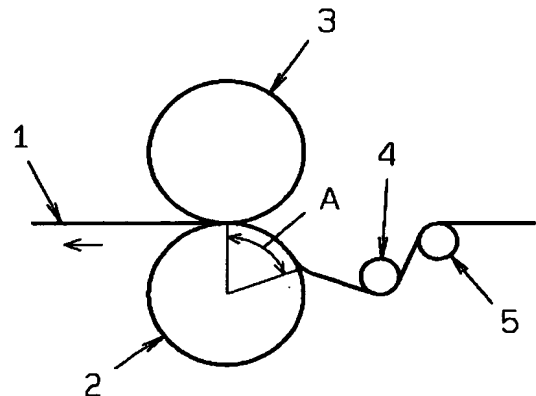
CB16 CB19 CD02 CD12 CD18

(54) 【発明の名称】 合わせガラス用中間膜の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 保管中の耐ブロッキング性やガラス板の間に中間膜を挟む際の取扱い作業性が良いことはもとより、比較的低い温度で予備圧着を行っても脱気性及びシール性に優れ、従って気泡の発生による品質不良が改善された合わせガラスを得るに適する合わせガラス用中間膜の製造方法を提供することを課題とする。

【解決手段】 熱可塑性樹脂シート1を一對のエンボスロール2、3で圧延し、該シートの両面にエンボスを付与する合わせガラス用中間膜の製造方法であって、上記一對のエンボスロール2、3のうち少なくとも一方のエンボスロール2のロール径が1500mm以下であり、且つ、エンボス付与時に熱可塑性樹脂シート1を上記ロール径が1500mm以下のエンボスロール2に抱かせ、少なくとも片面のエンボス凹部にうねりを付与することを特徴とする合わせガラス用中間膜の製造方法。





## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 熱可塑性樹脂シートを一对のエンボスロールで圧延し、該シートの両面にエンボスを付与する合わせガラス用中間膜の製造方法であって、上記一对のエンボスロールのうち少なくとも一方のエンボスロールのロール径が 1500mm 以下であり、且つ、エンボス付与時に熱可塑性樹脂シートを上記ロール径が 1500mm 以下のエンボスロールに抱かせ、少なくとも片面のエンボス凹部にうねりを付与することを特徴とする合わせガラス用中間膜の製造方法。

【請求項 2】 少なくとも片面のエンボス凹部に付与されるうねりの水準（Rw）が下式を満足することを特徴とする請求項 1 に記載の合わせガラス用中間膜の製造方法。

$$Rw = (Rzv / Rz) \times 100 \geq 25\%$$

ここで、Rz は少なくとも片面のエンボスの表面粗さを表し、円錐状の触針（先端曲率半径 5 μm、頂角 90 度）を用い、JIS B-0601 に準拠して測定される十点平均表面粗さである。又、Rzv は少なくとも片面のエンボスのレプリカ（陰原型又は逆原型）の表面粗さを表し、図 1 に示す楔状の触針（先端幅 1000 μm、対面角 90 度）を用い、この触針を先端幅に対して直交する方向に移動させ、JIS B-0601 に準拠して測定される十点平均表面粗さである。

【請求項 3】 熱可塑性樹脂シートをロール径が 1500mm 以下のエンボスロールに抱かせる時の抱かせ角度が 30°～45°であることを特徴とする請求項 1 又は請求項 2 に記載の合わせガラス用中間膜の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、合わせガラス用中間膜の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 ガラス板の間に、可塑化ポリビニルブチラル樹脂のような可塑化熱可塑性樹脂を製膜してなる合わせガラス用中間膜（以下、単に「中間膜」と記す）を介在させ、接着させて一体化した合わせガラスは、自動車、航空機、建築物等の窓ガラスとして広く使用されている。

【0003】 この種の合わせガラスは、少なくとも 2 枚のガラス板の間に中間膜を挟み、これをニップロール（押圧ロール）に通して扱くか（扱き脱気法）或いはゴムバックに入れて減圧吸引し（減圧脱気法）、ガラス板と中間膜との間に残留する空気を脱気しながら予備圧着し、次いでオートクレーブ内で加熱加圧して本圧着を行うことにより製造される。

【0004】 上記中間膜には、接着性、耐候性、耐貫通性、透明性等の基本性能が良好であることのほかに、保管中に中間膜同士がブロッキングしないこと、ガラス板の間に中間膜を挟む際の取扱い作業性が良好であるこ

と、さらに空気の巻き込みを無くするために、予備圧着工程での脱気性が良好であること等が要求される。

【0005】 このような要求を満たすために、通常、中間膜の両面には微細な凹凸からなるエンボスが形成されており、例えば、特公平 1-32776 号公報では、「軟質の熱可塑性樹脂よりなり、積層接着用中間膜として用いられる微細な凹凸の表面形状を有するフィルムまたはシートにおいて、該フィルムまたはシートの少なくとも片面が、このフィルムまたはシートと一体成形された多数の独立した突出部を有し、且つ該突出部に対する凹部の全てを同一水準で連続せしめられた表面形状とされてなることを特徴とする熱可塑性樹脂製中間膜」が開示されている。

【0006】 しかし、上記開示にあるような従来の中間膜は、保管中の耐ブロッキング性や取扱い作業性及び比較的高温で予備圧着を行う場合の脱気性等は相当に改善されているが、例えば、面積が広い合わせガラスや曲率が大きい合わせガラスを製造する場合や比較的低温で予備圧着を行う場合のように厳しい条件下で脱気する場合には、脱気性やシール性（仮接着性）等の点で未だ十分に満足できるものではない。

【0007】 即ち、上記のような厳しい条件下で脱気する場合には、特にガラス板と中間膜とのシール状態を全面にわたって均一にすることが難しく、脱気性及びシール性が不完全となり、オートクレーブ内で加熱加圧して本圧着を行う場合に、シール不良部から加圧空気が侵入して、ガラス板と中間膜との間に気泡が発生し易くなるという問題点がある。

【0008】 このようなシール不良は、例えば予備圧着温度を比較的高温にするというように予備圧着条件を厳しく狭い範囲で厳密に管理することにより、ある程度は改善されるものの、予備圧着条件が狭い範囲に限定され、これを逸脱すると気泡の発生による品質不良が多発するという問題点がある。

## 【0009】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記従来の問題点を解決するため、保管中の耐ブロッキング性やガラス板の間に中間膜を挟む際の取扱い作業性が良いことはもとより、比較的低い温度で予備圧着を行っても脱気性及びシール性に優れ、従って気泡の発生による品質不良が改善された合わせガラスを得るに適する合わせガラス用中間膜の製造方法を提供することを課題とする。

## 【0010】

【課題を解決するための手段】 請求項 1 に記載の発明（以下、「第 1 発明」と記す）による合わせガラス用中間膜の製造方法は、熱可塑性樹脂シートを一对のエンボスロールで圧延し、該シートの両面にエンボスを付与する合わせガラス用中間膜の製造方法であって、上記一对のエンボスロールのうち少なくとも一方のエンボスロールのロール径が 1500mm 以下であり、且つ、エンボ

10

20

30

40

50

ス付与時に熱可塑性樹脂シートを上記ロール径が1500mm以下のロールに抱かせ、少なくとも片面のエンボス凹部にうねりを付与することを特徴とする。

【0011】又、請求項2に記載の発明（以下、「第2発明」と記す）による合わせガラス用中間膜の製造方法は、上記第1発明による合わせガラス用中間膜の製造方法において、少なくとも片面のエンボス凹部に付与されるうねりの水準（Rw）が下式を満足することを特徴とする。

$$Rw = (Rzv / Rz) \times 100 \geq 25\%$$

ここで、Rzは少なくとも片面のエンボスの表面粗さを表し、円錐状の触針（先端曲率半径5μm、頂角90度）を用い、JIS B-0601に準拠して測定される十点平均表面粗さである。又、Rzvは少なくとも片面のエンボスのレプリカ（陰原型又は逆原型）の表面粗さを表し、図1に示す楔状の触針（先端幅1000μm、対面角90度）を用い、この触針を先端幅に対して直交する方向に移動させ、JIS B-060に準拠して測定される十点平均表面粗さである。

【0012】さらに、請求項3に記載の発明（以下、「第3発明」と記す）による合わせガラス用中間膜の製造方法は、上記第1発明又は第2発明による合わせガラス用中間膜の製造方法において、熱可塑性樹脂シートをロール径が1500mm以下のエンボスロールに抱かせる時の抱かせ角度が30～45度であることを特徴とする。

【0013】第1発明～第3発明（以下、「本発明」と記す）において用いられる熱可塑性樹脂シートとしては、特に限定されるものではないが、例えば、可塑化ポリビニルアセタール系樹脂シート、ポリウレタン系樹脂シート、エチレン-酢酸ビニル系樹脂シート、エチレン-エチルアクリレート系樹脂シート、可塑化塩化ビニル系樹脂シート等の従来から中間膜用として用いられている熱可塑性樹脂シートが挙げられ、好適に用いられる。これ等の熱可塑性樹脂シートは、接着性、耐候性、耐貫通性、透明性等の中間膜として必要な基本性能に優れる。

【0014】上記熱可塑性樹脂シートのなかでも、可塑化ポリビニルブチラール樹脂シートに代表される可塑化ポリビニルアセタール系樹脂シートが特に好適に用いられる。これ等の熱可塑性樹脂シートの膜厚は、合わせガラスとして必要な耐貫通性等を考慮して設定されれば良く、特に限定されるものではないが、従来の中間膜と同様に、0.2～2mmであることが好ましい。

【0015】上記熱可塑性樹脂シートの両面には、微細な凹凸からなるエンボスが形成される。このようなエンボスを形成する方法としては、特に限定されるものではないが、例えば、エンボスロール法、カレンダーロール法、異形押出法等の従来公知の方法が挙げられ、好適に採用されるが、なかでも定量的に一定の微細な凹凸から

なるエンボスを得ることの出来るエンボスロール法がより好適に採用される。

【0016】エンボスロール法で用いられるエンボスロールとしては、特に限定されるものではないが、例えば、金属ロール表面に酸化アルミニウムや酸化珪素などの研削材を用いてブラスト処理を行い、次いで表面の過大ピークを減少させるためにバーチカル研削などによりラッピングを行うことにより、ロール表面に微細な凹凸模様を形成したもの、彫刻ミル（マザーミル）を用い、この凹凸模様を金属ロール表面に転写することにより、ロール表面に微細な凹凸模様を形成したもの、エッチング（蝕刻）によりロール表面に微細な凹凸模様を形成したものが挙げられ、好適に用いられる。

【0017】エンボスの凹凸模様は、整然と規則的に分布していても良いし、雑然と不規則的に分布していても良い。

【0018】エンボスの凸部と凹部の形状は、特に限定されるものではないが、一般的には、三角錐、四角錐、円錐等の錐体、截頭三角錐、截頭四角錐、截頭円錐等の截頭錐体、頭部が山型や半球状となった擬錐体等からなる多数の凸部と、これ等の凸部に対する多数の凹部とから構成される凹凸模様が好ましく、なかでも錐体や擬錐体等からなる多数の凸部を有する凹凸模様がより好ましい。

【0019】エンボスの凹凸模様の寸法は、特に限定されるものではないが、一般的には、凸部の間隔は100～2000μmの範囲であることが好ましく、より好ましくは150～1000μmの範囲である。又、凸部の高さは5～500μmの範囲であることが好ましく、より好ましくは20～50μmの範囲である。さらに、凸部の基底面の径（差し渡し）は30～1000μmの範囲であることが好ましい。

【0020】第1発明による中間膜の製造方法においては、前記熱可塑性樹脂シートを一对のエンボスロールで圧延し、該シートの両面に上記エンボスを付与する際に、少なくとも一方のエンボスロールのロール径が1500mm以下である一对のエンボスロールを用い、且つ、エンボス付与時に熱可塑性樹脂シートを上記ロール径が1500mm以下であるエンボスロールに抱かせ、少なくとも片面のエンボス凹部にうねりを付与することが必要である。

【0021】熱可塑性樹脂シートにエンボスを付与する際に、少なくとも一方のエンボスロールのロール径が1500mm以下である一对のエンボスロールを用い、このロール径が1500mm以下のエンボスロールに熱可塑性樹脂シートを抱かせることにより、熱可塑性樹脂シートの少なくとも片面のエンボス凹部に後述する好ましい水準のうねりを付与することが出来る。

【0022】即ち、熱可塑性樹脂シートをエンボスロールに抱かせることにより、熱可塑性樹脂シートのロール

側の面とシート表面とにロールの径差に基づく面長さ差が生じる。このため、エンボスロールのロール径の大小により、エンボスの表面粗さ（R<sub>z</sub>）も異なったものとなる。

【0023】上記エンボスロールのロール径とエンボスの表面粗さ（R<sub>z</sub>）との関係の一例を表1に示す。表1\*

エンボスロールの ロール径（mm）	熱可塑性樹脂シート の膜厚（mm）	熱可塑性樹脂シート の面長さ比（％）	エンボスの表面粗さ （R <sub>z</sub> （μm））
2000	0.76	0.076	9.8
1500	0.76	0.101	11.3
1000	0.76	0.152	13.8
500	0.76	0.304	19.5
250	0.76	0.608	27.6

【0025】一方、エンボス凹部に好ましい水準のうねりを付与するためには、上記エンボスの表面粗さ（R<sub>z</sub>）が10μm以上であることが好ましいが、表1から明らかなように、一对のエンボスロールのうち少なくとも一方のエンボスロールのロール径が1500mmを超えると、R<sub>z</sub>も10μm未満となり得るので、一对のエンボスロールのうち少なくとも一方のエンボスロールのロール径は1500mm以下であることが必要であり、好ましくは1000mm程度である。

【0026】第1発明においては、熱可塑性樹脂シートにエンボスを付与する際に、少なくとも一方のエンボスロールのロール径が1500mm以下である一对のエンボスロールを用いて、熱可塑性樹脂シートを上記ロール径が1500mm以下のエンボスロールに抱かせ、少なくとも片面のエンボス凹部にうねりを付与するので、得られる中間膜に優れた脱気性とシール性とを兼備させることが出来る。

【0027】一般的に、通常の予備圧着を行った場合、合わせガラスの周縁部は凸部が存在せずシール状態にあるが、中央部は凹凸部即ち空氣の通路が存在しシール状態が不完全であることが多いが、現実には、中間膜やガラスの厚みのばらつき、ガラスの曲率差によるペアー差等により、周縁部のシール状態にばらつきが生じることがある。従って、中間膜のエンボス凹部にうねりが付与されていない場合、エンボス凹部は完全に連続した空氣の通路となっているため、本圧着工程での加圧空氣が周縁部のシール欠陥部から侵入すると、中央部全体に容易に侵入することとなり、前記氣泡の発生による品質不良を惹起する原因となる。これを防止するためには、例えば比較的高温で予備圧着を行って周縁部のシール状態を完全にする等の対応が必要となり、合わせ加工時の作業性が低下する。

【0028】これに対し、第1発明の如く、中間膜の少

\*は、ロール径に対し45度の抱かせ角度で熱可塑性樹脂シートを抱かせて中間膜を製造する場合の理論値を表し、中間膜の歪み吸収や弾性回復は無視している。

【0024】

【表1】

なくとも片面のエンボス凹部に恣意的にうねりを付与することにより、脱気性を損なうことなく、シール性を大幅に向上させることが出来る。

【0029】即ち、エンボス凹部に付与されたうねりは、凸部が保たれている状態にある予備圧着の初期においては、空氣の通路としての機能を発揮し、凸部がある程度以上潰れた状態にある予備圧着の後期においては、うねりの高い部分が空氣の通路を遮断してシール性を向上させる機能を発揮するので、優れた脱気性とシール性とを兼備する中間膜となり得る。

【0030】本発明においては、熱可塑性樹脂シートの少なくとも片面のエンボス凹部にうねりを付与することが骨子となっているが、エンボス凹部のうねりの水準は通常の方法で測定することは困難である。

【0031】従って、本発明で言ううねりの水準（R<sub>w</sub>）とは、少なくとも片面のエンボスの表面粗さ（R<sub>z</sub>）に対する少なくとも片面のエンボスのレプリカ（陰原型又は逆原型）の表面粗さ（R<sub>zv</sub>）の比率（％）を意味し、下式で示される。

$$R_w (\%) = (R_{zv} / R_z) \times 100$$

【0032】上記少なくとも片面のエンボスの表面粗さ（R<sub>z</sub>）は、円錐状の触針（先端曲率半径5μm、頂角90度）を用い、JIS B-0601に準拠して測定される十点平均表面粗さであり、具体的には、例えば小坂研究所社製のデジタル形の触針電気式表面粗さ測定器（商品名「SE-2000」）等を用いて測定することが出来る。

【0033】又、上記少なくとも片面のエンボスのレプリカ（陰原型又は逆原型）の表面粗さ（R<sub>zv</sub>）は、図1に示す楔状の触針（先端幅1000μm、対面角90度）を用い、この触針を先端幅に対して直交する方向に移動させ、JIS B-0601に準拠して測定される十点平均表面粗さであり、具体的には、例えば信越化学

20

30

40

50



工業社製の一般型取り用RTVシリコーンゴム（商品名「KE-20」）等を用いて、レプリカを採取し、その表面粗さを測定することが出来る。

【0034】第1発明においては、特に限定されるものではないが、上記うねりの水準（Rw）が25%以上であることが好ましい。

【0035】次に、第2発明による合わせガラス用中間膜の製造方法は、上述した第1発明による合わせガラス用中間膜の製造方法において、上記うねりの水準（Rw）が25%以上であることを特徴とする。

【0036】上記うねりの水準（Rw）が25%未満であると、特に比較的低温で予備圧着を行った時の脱気性及びシール性が不十分となり、得られる合わせガラスに気泡の発生による品質不良が起こり易くなる。

【0037】次に、第3発明による合わせガラス用中間膜の製造方法は、前述した第1発明又は上述した第2発明による合わせガラス用中間膜の製造方法において、熱可塑性樹脂シートをロール径が1500mm以下のエンボスロールに抱かせる時の抱かせ角度が30～45度であることを特徴とする。

【0038】図2は本発明による合わせガラス用中間膜の製造方法の一例を示す模式図であり、上記抱かせ角度とは、図2において、熱可塑性樹脂シート1をロール径が1500mm以下のエンボスロール2に抱かせる時の抱かせ角度Aを意味する。尚、上記熱可塑性樹脂シート1を抱かせるロール径が1500mm以下のエンボスロールは、上エンボスロール3であっても良いし、下エンボスロール2であっても良く、又、両エンボスロール2、3であっても良い。

【0039】上記抱かせ角度Aが30度未満であると、エンボス凹部のうねりの水準（Rw）が25%以上とならず、逆に45度を超える抱かせ角度Aを付与するためには、エンボスロール2、3径を大きくする必要が生じ、無駄な設備投資となる。

【0040】本発明の製造方法による中間膜は、その両面のエンボス凹部に前記特定の水準のうねりが付与されていることが好ましいが、一方の面のエンボス凹部のみに前記特定の水準のうねりが付与されており、他方の面のエンボスは従来と同様の微細な凹凸からなるエンボスであっても良い。こうして、本発明の製造方法による中間膜が得られる。

【0041】尚、中間膜同士のブロッキングは保管中に重ねられる中間膜の枚数にもよるが、通常、中間膜は200～1000枚重ねられた場合の自重を考慮すれば良く、そのような状態での自重では、中間膜が既述した特定の条件を満たしてさえおれば、耐ブロッキング性が良好であるとともに、保管中や合わせ加工時の取扱い作業性も良好であることが判明した。

【0042】本発明で得られる中間膜を用いて合わせガラスを製造する方法は、特別なものではなく、通常の合

わせガラスの製法の場合と同様に、予備圧着と本圧着とを行う。例えば、可塑化ポリビニルブチラール樹脂シートからなる中間膜を用いる場合は、具体的には、次のように予備圧着と本圧着とを行う。

【0043】即ち、予備圧着は、二枚の透明な無機ガラス板の間に中間膜を挟み、この積層体を、例えば、ゴムバッグに入れ、ゴムバッグを排気系に接続して約-400～-750mmHgの減圧度（絶対圧力360～10mmHg）となるように吸引減圧しながら温度を上げ、約50～100℃で予備圧着する方法（減圧脱気法）や、上記積層体をニップロール（押圧ロール）に通し、例えば、圧力約2～10kg/cm<sup>2</sup>、温度約50～100℃の条件で扱って脱気しながら予備圧着する方法（扱き脱気法）等が採用される。

【0044】次いで、予備圧着された積層体は、常法によりオートクレーブ又はプレスを用いて、例えば、温度約120～150℃、圧力約2～15kg/cm<sup>2</sup>の条件で本圧着され、合わせガラスが製造される。

【0045】尚、上記ガラス板としては、無機ガラス板のみならず、ポリカーボネート板、ポリメチルメタクリレート板などの有機ガラス板を使用しても良いし、無機ガラス板と有機ガラス板とを併用しても良い。又、合わせガラスの積層構成は、ガラス板／中間膜／ガラス板の三層構成のみならず、ガラス板／中間膜／ガラス板／中間膜／ガラス板のような多層構成であっても良い。

【0046】

【作用】本発明の製造方法による中間膜は、その少なくとも片面のエンボス凹部にうねりが付与されているので、優れた脱気性とシール性とを兼備する。従って、気泡の発生による品質不良が改善された合わせガラスを得るに適する。

【0047】

【発明の実施の形態】本発明をさらに詳しく説明するため以下に実施例を挙げるが、本発明はこれら実施例のみに限定されるものではない。

【0048】（実施例1）ポリビニルブチラール樹脂（平均重合度1700、残存アセチル基1モル%、ブチラール化度65モル%）100重量部に対し、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルブチレート（3GH）40重量部及び接着力調整剤として酢酸マグネシウム0.2重量部を添加混合し、この混合物を押出機により溶融混練し押出金型よりシート状に押出して、厚さ0.76mmのポリビニルブチラール樹脂シート（PVBシート）を得た。

【0049】金属ロール表面にアルミナ質研削材（#200）を用いてブラスト処理を行い、次いでバーチカル研削によりラッピングを行って、多数の山型の凹凸が不規則に形成された一対のエンボスロールを作製した。尚、上記一対のエンボスロールのうち下側のエンボスロール（下ロール）のロール径は1500mmとした。

10

20

30

40

50

【0050】上記で得られたPVBシート(0.76mm厚)及び一対のエンボスロールを用い、下ロール(ロール径1500mm)のロール径に対する抱かせ角度を45度としてPVBシートを圧延し、両面に多数の山型の凹凸(エンボス)が不規則に形成され、且つ、下ロール側の面のエンボス凹部にうねりが付与された中間膜を製造した。

【0051】(実施例2)一対のエンボスロールのうち下ロールのロール径を1000mmとし、且つ、下ロールのロール径に対するPVBシートの抱かせ角度を40度としたこと以外は実施例1の場合と同様にして、両面に多数の山型の凹凸(エンボス)が不規則に形成され、且つ、下ロール側の面のエンボス凹部にうねりが付与された中間膜を製造した。

【0052】(実施例3)一対のエンボスロールのうち下ロールのロール径を500mmとし、且つ、下ロールのロール径に対するPVBシートの抱かせ角度を35度としたこと以外は実施例1の場合と同様にして、両面に多数の山型の凹凸(エンボス)が不規則に形成され、且つ、下ロール側の面のエンボス凹部にうねりが付与された中間膜を製造した。

【0053】(比較例1)一対のエンボスロールのうち下ロールのロール径を1700mmとしたこと以外は実施例1の場合と同様にして、両面に多数の山型の凹凸(エンボス)が不規則に形成され、且つ、下ロール側の面のエンボス凹部にうねりが付与された中間膜を製造した。

【0054】(比較例2)一対のエンボスロールのうち下ロールのロール径を2000mmとしたこと以外は実施例1の場合と同様にして、両面に多数の山型の凹凸(エンボス)が不規則に形成され、且つ、下ロール側の面のエンボス凹部にうねりが付与された中間膜を製造した。

【0055】実施例1~3、及び、比較例1及び2で得られた5種類の間膜について、下ロール側の面のエンボスの表面粗さ $R_z$ ( $\mu\text{m}$ )及びエンボスのレプリカ(陰原型又は逆原型)の表面粗さ $R_{zv}$ ( $\mu\text{m}$ )を下記の方法で測定し、エンボス凹部に付与されたうねりの水準 $R_w$ (%)を下式により求めた。その結果は表2に示すとおりであった。

$$R_w(\%) = (R_{zv}/R_z) \times 100$$

【0056】 $[R_z$ の測定]デジタル形の触針電気式表面粗さ測定器(商品名「SE-2000」、小坂研究所社製)により、円錐状の触針(先端曲率半径5 $\mu\text{m}$ 、頂角90度)を用い、JIS B-0601に準拠して、上記中間膜の下ロール側の面のエンボスの十点平均表面粗さ $R_z$ ( $\mu\text{m}$ )を測定した。

\*【0057】 $[R_{zv}$ の測定]一般型取り用RTVシリコーンゴム(商品名「KE-20」、信越化学工業社製)を使用し、上記中間膜の下ロール側の面のエンボスのレプリカ(陰原型又は逆原型)を採取し、図1に示す楔状の触針(先端幅1000 $\mu\text{m}$ 、対面角90度)を用い、この触針を先端幅に対して直交する方向に移動させ、JIS B-0601に準拠して、上記レプリカの十点平均表面粗さ $R_{zv}$ ( $\mu\text{m}$ )を測定した。

【0058】又、前記5種類の間膜を使用し、次の二つの方法(抜き脱気法及び減圧脱気法)で予備圧着を行い、次いで本圧着を行って、合わせガラスを作製した。

【0059】(a)抜き脱気法  
中間膜を二枚の透明なフロートガラス板(縦30cm×横30cm×厚さ3mm)の間に挟み、はみ出た部分を切り取り、こうして得られた積層体を加熱オーブン中で、積層体の温度(予備圧着温度)がそれぞれ60℃、70℃及び80℃となるように加熱した後、ニップロール(エアースリンダー圧力3.5kg/cm<sup>2</sup>、線速度10m/分)に通して予備圧着を行った。

【0060】(b)減圧脱気法  
中間膜を二枚の透明なフロートガラス板(縦30cm×横30cm×厚さ3mm)の間に挟み、はみ出た部分を切り取り、こうして得られた積層体をゴムバッグ内に移し、ゴムバッグを吸引減圧系に接続し、外気加熱温度で加熱すると同時に-600mmHg(絶対圧力160mmHg)の減圧下で10分間保持し、積層体の温度(予備圧着温度)がそれぞれ60℃、80℃及び100℃となるように加熱した後、大気圧に戻して予備圧着を終了した。

【0061】上記(a)及び(b)の方法で予備圧着された積層体を、それぞれオートクレーブ中で、温度140℃、圧力13kg/cm<sup>2</sup>の条件下に10分間保持した後、50℃まで温度を下げ大気圧に戻すことにより本圧着を終了して、合わせガラスを作製した。

【0062】上記で得られた合わせガラスのベークテストを下記の方法で行って、予備圧着工程での脱気性及びシール性を評価した。その結果は表2に示すとおりであった。

【0063】[合わせガラスのベークテスト]合わせガラスを140℃のオーブン中で2時間加熱した。次いで、オーブンから取り出して3時間放冷した後、合わせガラスの外観を目視で観察し、合わせガラスに発泡(気泡)が生じた枚数を調べて、脱気性及びシール性を評価した。尚、テスト枚数は各100枚とした。

【0064】

【表2】

\*

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1	比較例 2
エンボスロールのロール径 (mm)	1500	1000	500	1700	2000
PVBシートの抱かせ角度 (度)	45	40	35	45	45
エンボスの表面粗さ Rz ( $\mu\text{m}$ )	38.4	40.2	42.1	38.2	42.5
エンボスのレリカの表面粗さ Rz v ( $\mu\text{m}$ )	9.9	10.9	12.6	9.2	7.5
エンボス凹部のうねりの水準 Rw (%)	25.1	27.1	29.9	24.1	17.6
予備圧着温度 (°C)	60	70	80	60	70
	80	100	100	80	100
合わせガラスの ベークテスト (発泡枚数/100 枚)	5	2	0	5	2
	2	1	0	2	0

(注) : Rw (%) = (Rz v / Rz) × 100

【0065】表2から明らかなように、本発明の製造方法による実施例1～3の中間膜を用いて作製された実施例1～3の合わせガラスは、予備圧着温度が比較的低い場合（抜き脱気法：60℃及び70℃、又、減圧脱気法：60℃及び80℃）でも、ベークテスト時の発泡（気泡）による不良枚数（不良率）が少なかった。これは、予備圧着工程における脱気性及びシール性が優れていたことを示している。

【0066】これに対し、一対のエンボスロールのうち下側のエンボスロールのロール径が1500mmを超えており、且つ、下ロール側の面のエンボス凹部のうねりの水準Rwが25%未満であった比較例1及び2の中間

膜を用いて作製された比較例1及び2の合わせガラスは、予備圧着温度が比較的低い場合（抜き脱気法：60℃及び70℃、又、減圧脱気法：60℃及び80℃）、ベークテスト時の発泡（気泡）による不良枚数（不良率）が多かった。これは、予備圧着工程における脱気性及びシール性が悪かったことを示している。

#### 【0067】

【発明の効果】以上述べたように、本発明の製造方法による合わせガラス用中間膜は、保管中の耐ブロッキング性やガラス板の間に中間膜を挟む際の取扱い作業性が良好であると共に、比較的低い温度で予備圧着を行った場合でも優れた脱気性とシール性を発揮する。従って、



気泡の発生による品質不良が改善された合わせガラスを簡便且つ容易に得ることが出来る。又、得られた合わせガラスは、自動車、車輛、航空機、建築物等の窓ガラスとして好適に用いられる。

【0068】

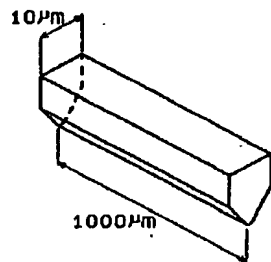
【図面の簡単な説明】

【図1】エンボスのレプリカの表面粗さ  $R_z$   $v$  を測定するために用いる楔状の触針（先端幅  $1000\mu\text{m}$ 、対面角  $90^\circ$ ）を示す斜視図である。

\*

10

【図1】



\*【図2】本発明による合わせガラス用中間膜の製造方法の一例を示す模式図である。

【符号の説明】

- 1 熱可塑性樹脂シート
- 2 下エンボスロール
- 3 上エンボスロール
- 4、5 支持ロール
- A 抱かせ角度

【図2】

